

## ЭВОЛЮЦИЯ СТРУКТУРЫ СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ ПРИ ПОЛЗУЧЕСТИ И УСТАЛОСТИ.

Бетехтин В.И.<sup>1</sup>, Нарыкова М.В.<sup>1</sup>, Кадомцев А.Г.<sup>1</sup>, Колобов Ю.Р.<sup>2,3</sup>  
ФТИ им. А.Ф.Иоффе, Санкт-Петербург, Россия  
Институт проблем химической физики РАН, Черноголовка, Россия  
Национальный исследовательский Белгородский государственный университет, Белгород, Россия  
Vladimir.Betekhtin@mail.ioffe.ru

Высокопрочные наноструктурированные материалы, полученные различными методами интенсивной пластической деформации (ИПД) в квазигидростатических условиях, представляют особый интерес как для более глубокого понимания физической природы прочности твердых тел, так и для их практического применения. Одной из основных нерешенных проблем для наноструктурированных материалов как в фундаментальном, так и в прикладном плане является их нестабильность, обусловленная структурной неравновесностью. Последнее ведет к существенному расхождению механических свойств наноматериалов при их кратковременных испытаниях и при длительном нагружении (ползучесть, усталость). Наблюдаемая термическая и механическая нестабильность наноструктурированных материалов определяется рядом факторов, важное место среди которых занимают состояние межзеренных границ. Вообще роли границ наноструктурированных материалов, которые из-за пресыщения дефектами (дислокации, вакансии и их комплексы, примеси) находятся в неравновесном состоянии, придается особое значение при анализе механизмов пластической деформации и разрушения.

В настоящей работе анализируется дефектная структура, которая образуется после ИПД, и эволюция этой структуры при длительном нагружении субмикроструктурированных (СМК) металлов и сплавов (Ti, Al, Cu и сплавы на их основе) при растяжении в режиме ползучести и усталости.

Испытания на долговечность в режиме ползучести проводились в широком интервале температур и напряжений; усталостные испытания - при комнатной температуре в режиме гигацикловой ( $10^9$ ) усталости. При исследованиях структуры основное внимание было уделено измерению размера зерна и параметров нано- и микропористости. Для определения их характеристик был использован комплекс методик – микроскопические и дилатометрические исследования, малоугловое рентгеновское рассеяние (МРР) и рентгеноструктурный анализ.

Для образцов, испытанных в режиме ползучести, установлено, что в процессе испытания происходит разуплотнение материалов ( $\Delta\rho/\rho \sim 10^{-2} \div 10^{-3}$ ) и появляются поры микронного размера (рис. 1); происходит увеличение среднего размера зерна. Также анализ полученных данных показал, что в образцах после ИПД образуются нанопоры

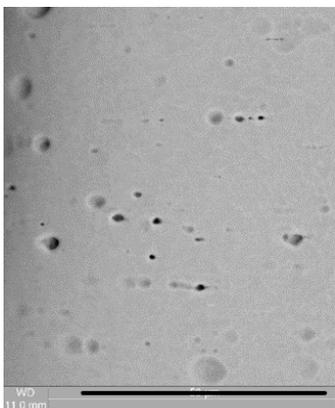


Рисунок 1 - Микропоры, образовавшиеся в образце СМК ВТ1-0 после испытания на ползучесть

размером 20-30 nm. В частности, для титана ВТ1-0, средний размер зерна после ИПД составил  $\sim 200$  nm. После испытаний на долговечность при  $T=673$  K и  $\sigma=200$  МПа размер зерна увеличился до  $\sim 1.5$   $\mu\text{m}$ . Наблюдаемая микропористость (рис. 1) возникла как следствие развития нанопор, образующихся в материале в результате интенсивной пластической деформации. Действительно, как было показано в [1, 2], после РКУП и комбинированных прокаток, в материале образуются нанопоры. Так конкретно для титана после поперечно-винтовой и продольной прокаток средний размер зерна ( $D$ ), нанопор ( $d_n$ ) и концентрация ( $N$ ) составляют

соответственно  $\sim 200$  nm, 20-30 nm и  $10^{11}$   $\text{cm}^{-3}$ . После испытаний на долговечность при растяжении в режиме ползучести при  $T=673$  и напряжении  $\sigma=200$  МПа средний размер зерна, микропор и концентрация составляют соответственно  $\sim 1.5$   $\mu\text{m}$ , 1  $\mu\text{m}$  и  $10^{10}$   $\text{cm}^{-3}$ . Оценки показали, что площадь границ зерен  $S$  после ползучести уменьшилась в 10 раз, а концентрация микропор стала примерно в 10 раз меньше, чем концентрация исходных нанопор. В связи с этим можно предположить, что нанопоры превратились в микропоры только в том случае, если они находились на границах. Важно отметить, что воздействие высокого гидростатического давления (1,5 GPa) ведет к существенному повышению долговечности СМК материалов, что обусловлено уменьшением объемной доли нанопор. Существенно, что во всех случаях макроразрушение образцов происходит при достижении величины разуплотнения порядка  $10^{-2}$ . Дилатометрические и микроскопические измерения показали, что  $V=N \cdot d^3$ , где  $V$  – объем пор, определенный денситометрическим методом, а их концентрация  $N$  и размер  $d$  – микроскопическим. Установлено также, что при испытании в режиме ползучести реализуется диффузионный механизм роста зернограницных пор, ведущий в конечном итоге к макроразрушению. Согласно данным просвечивающей растровой

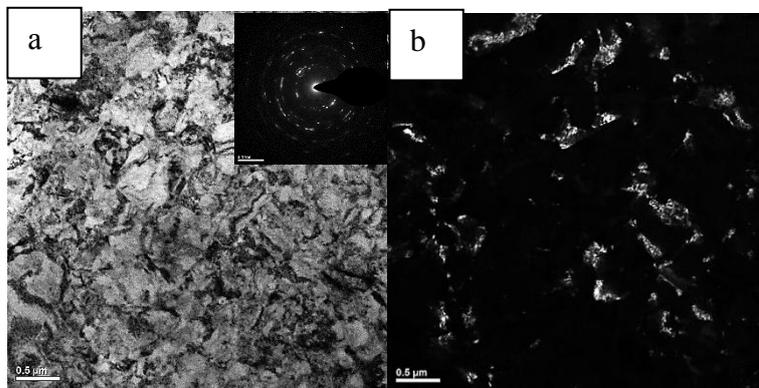


Рисунок 2 - Микроструктура СМК ВТ1-0 после гигацикловых усталостных испытаний: а – светлопольное изображение с микродифракцией с данного участка; б – темнопольно

характерная для неравновесного деформированного состояния (отсутствие контраста на границах зерен из-за высокой плотности дислокаций и внутренних напряжений кристаллической решетки).

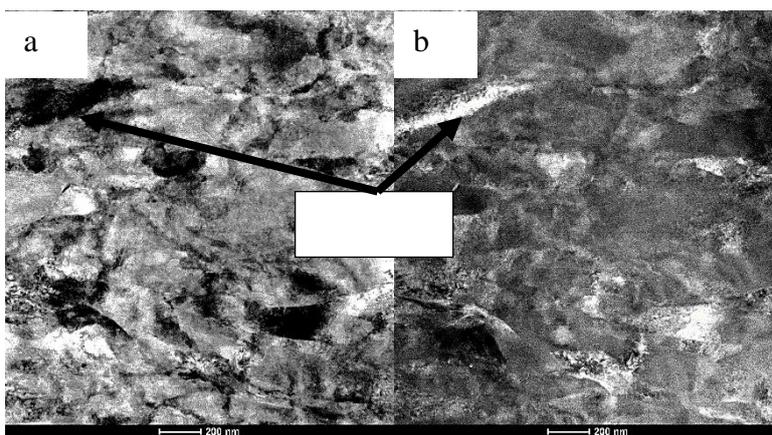


Рисунок 3 - Микроструктура СМК ВТ1-0 после гигациклического усталостного воздействия (фольга 5-10  $\mu\text{m}$  от поверхности): а – светлопольное изображение; б – темнопольное

морфологией. Кроме этого, в некоторых областях наблюдаются наноразмерные поры и трещины, развитие которых в процессе испытаний и ведет к разрушению. По сравнению со структурой до испытаний приповерхностный слой обладает высокой

электронной микроскопии, для образца СМК титана, испытанного в режиме гигацикловой усталости при напряжении 300 МПа с частотой 19,89 kHz и  $1,86 \cdot 10^9$  циклов до разрушения, микроструктура приповерхностных слоев претерпевает значительные изменения (рис. 2). В тонких фольгах, вырезанных из приповерхностного слоя (5-10  $\mu\text{m}$  от поверхности) в области максимальных напряжений, наблюдается микроструктура, характерная для неравновесного деформированного состояния (отсутствие контраста на границах зерен из-за высокой плотности дислокаций и внутренних напряжений кристаллической решетки). Азимутальное размытие рефлексов на микродифракции свидетельствует не только о наличии дисперсных кристаллитов, но и о наличии остаточных напряжений и малоугловых разориентировок между отдельными элементами микроструктуры. Структура СМК образца после испытаний неоднородна по сечению. В ней присутствуют области зеренно-субзеренной структуры с морфологией близкой к глобулярной, так и области с пластинчатой

плотностью дислокаций. СМК титане ВТ1-0 после гигацикловой усталости в приповерхностных слоях формируются микронесплошности (рис. 3) В некоторых областях образца они перешли в стадию активного накопления повреждений с объединением (образование трещин, наноразмерных пор). Таким образом, формируются очаги разрушения и макротрещины. Полученные результаты согласуются с известными из литературы данными [3, 4] о том, что у испытуемого в режиме гигацикловой усталости материала, закономерным является подповерхностное зарождение усталостной трещины [5].

Согласно данным рентгеноструктурного анализа, в образце титана марки ВТ1-0 в СМК состоянии присутствует текстура. В результате проведения гигациклических испытаний в образце текстура сохраняется и преимущественная ориентировка зерен в плоскости (100), а также не происходит изменения уровня микронапряжений.

Установлено, что микроструктура приповерхностных слоев ВТ1-0 в СМК состоянии в процессе гигациклического нагружения претерпевает значительные изменения, которые заключаются в появлении структурной неоднородности, значительном увеличении плотности дислокаций, возникновении остаточных полей упругих напряжений. Повышение плотности деформационных дефектов, формирование наноразмерных пор и трещин наноструктурированного образца после гигациклических испытаний, размытие контраста от границ зерен из-за их неравновесного состояния является следствием прошедшей пластической деформации образца (в исследуемой области максимальных напряжений). Механизм развития повреждаемости СМК образцов при гигациклических нагрузках требует дальнейшего изучения.

*Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта №18-08-00360.*

### Список литературы

1. Бетехтин В.И., Колобов Ю.Р., Sklenicka V. и др. // ЖТФ. 2015. Т.85. Вып. 1. С. 66-75
2. Бетехтин В.И., Кадомцев А.Г., Нарыкова М.В и др. // ПЖТФ. 2017. Т.43. Вып. 1. С. 38-44.
3. Wang Q. Y., Berard J. Y., Dubarre A., Baudry G., Rathery S., Bathias C. //Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures. 1999. Т. 22. №. 8. С. 667-672.
4. Sun C., Xie J., Zhao A., Lei Z., Hong Y. //Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures. 2012. Т. 35. №. 7. С. 638-647
5. Наймарк О. Б., Плехов О. А., Бетехтин В. И., Кадомцев А. Г., Нарыкова М. В. //Журнал технической физики. - 2014. - Т. 84, №. 3. - С. 89-93.